

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-228037

(43)Date of publication of application : 02.09.1997

(51)Int.Cl.

C23C 14/34
C23C 14/08
C23C 14/08
C23C 14/24
C23C 14/28
C23C 14/32

(21)Application number : 08-067001

(71)Applicant : HATA TOMONOBU

(22)Date of filing : 16.02.1996

(72)Inventor : HATA TOMONOBU

(54) TARGET FOR FORMING COMPOUND THIN COATING AT HIGH SPEED AND EVAPORATING SOURCE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a reactive sputtering target capable of depositing compound thin coating and usable at a perfect utilizing rate by forming the target of a mixture of metal and partial metallic compounds or of the one obtd. by integrating and fixing the same. SOLUTION: A sputtering target is formed of a mixture of metal (single metals, alloys, intermetallic compounds, the mixtures of metals or the like) and partial metallic compounds or the one obtd. by integrating the same. For example, in the case titanate zirconate is deposited by a reactive sputtering method, PbO is placed on a Zr-Ti alloy target to form into a feeding source of Pb and oxygen. Since this mixture is brought into reaction at a flow ratio of the metal mode on a substrate and is deposited, the depositing rate is high. By using the target, compound thin coating of oxide, nitride, sulfide, carbide or the like such as superconducting ceramic thin coating, ferroelectric ceramic thin coating and optical thin coating is formed. The deposition of the thin coating may be executed not only by a sputtering method but also by a physical method.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-228037

(43) 公開日 平成9年(1997)9月2日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C	14/34		C 2 3 C	A
	14/08			F
				K
	Z A A			Z A A L
	14/24		14/24	E
審査請求 未請求 請求項の数 3 書面 (全 4 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平8-67001

(22) 出願日 平成8年(1996)2月16日

(71) 出願人 596039969

畑 朋延

石川県金沢市つつじが丘295

(72) 発明者 畑 朋延

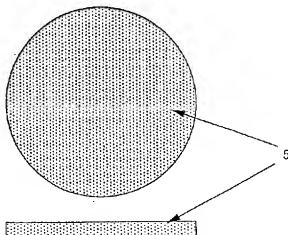
石川県金沢市つつじが丘295

(54) 【発明の名称】 化合物薄膜の高速作成用ターゲットおよび蒸発源

(57) 【要約】

【目的】化合物薄膜を低温・高速100%のターゲット利用率で堆積できる混合物ターゲット。

【構成】スパッタリング装置で化合物薄膜を堆積する場合のターゲットを金属と化合物の混合物とすることにより、低温、高速で堆積しさらに、通常のスパッタリング装置では100%のターゲット利用率で薄膜の堆積が可能な混合物ターゲット、および物理的薄膜堆積用ターゲットおよび蒸発源。



【特許請求の範囲】

【請求項1】スパッタリング法による化合物薄膜の作成、例えば超伝導セラミック薄膜、強誘電体セラミック薄膜、透明導電薄膜、光学薄膜などのいわゆる酸化物、窒化物、硫化物、炭化物などの化合物薄膜の作成における、スパッタリング・ターゲットを金属（単金属、合金、金属間化合物、金属の混合物等）と一部金属化合物との混合物またはそれらを一体化し、反応性スパッタリングの金属モードの堆積速度より速く化合物薄膜の堆積を可能とした反応性スパッタリング用ターゲット。

【請求項2】請求項1において金属モードで化合物を堆積するので、ガスからの供給で不足する成分を金属化合物として添加し、薄膜は主に基板上で金属とガスおよびターゲットに含まれたガス種と反応し、堆積できることを特徴とする反応性スパッタリング用ターゲット。

【請求項3】要求項1のスパッタリング法に限らず同様の物理的方法（PVD法）で堆積する、レーザーアブレーション法、反応性蒸着法、イオン化蒸着法、イオンブレーティング法等物質を蒸発して基板上で化合物を反応堆積することを特徴とする、金属（単金属、合金、金属間化合物、金属の混合物等）と一部金属化合物との混合物またはそれらを一体化した反応性薄膜堆積用ターゲットおよび蒸発源。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はスパッタリング法および物理的堆積法で化合物薄膜を高速で堆積するためのターゲットおよび蒸発源の構成法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】スパッタリング法で化合物薄膜を作成する方法は二通りある。金属とガス（酸素源、窒素源、炭素源等）が反応して出来る化合物、例えば ZnO 、 SiO_2 、 AlN 、 ZrN 等は、①金属ターゲットを用い不活性ガスに O_2 や N_2 。反応ガスを添加してスパッタする方法と、②最終的に必要な薄膜組成と同じ組成のセラミック・ターゲットを（ $Ar+O_2$ ）同様にスパッタする方法とがある。しかし、金属ターゲットを用いる方法は（活性ガス／不活性ガス）の割合が小さい場合には金属モードと呼ばれて主に金属が堆積し、（活性ガス／不活性ガス）の割合が大きい場合には化合物モードと呼ばれ化合物薄膜が堆積出来る。しかし、化合物モードの堆積速度は遅い場合が多い。セラミック・ターゲットを用いる場合は堆積速度は上記の化合物モードと同様に堆積速度は遅いが、マグネトロン・スパッタリングを用いればこの欠点が緩和される。しかし、化合物のガス成分は往々にして高速中性粒子となって堆積した膜に衝撃を与え、組成ずれを起こしたりその部分だけ堆積速度の低下を来すという欠点がある。したがって、ターゲット中の酸素等の元素は極力低減する方が望ましい。

【0003】図1は金属ターゲットを用い ZrO 。薄膜

を反応性マグネトロンスパッタリング法で堆積したときの、堆積速度と酸素対アルゴン流量比の関係を示したものである。堆積速度の早い部分は金属モード（図1、 $A \rightarrow B$ ）と呼ばれ基板とターゲットの間隔が狭いときには金属薄膜が堆積し、広い場合には化合物薄膜が堆積することも出来るが、堆積速度は遅い。8%の点で堆積速度が急に1桁以上低下しているがここではターゲット表面は酸化物で覆われ酸化物薄膜が堆積するので化合物モード（図1、 $C \rightarrow D$ ）と呼ばれている。セラミック・ターゲットを用いた場合には化合物モードと同様に金属に比べ堆積速度は遅いという問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、スパッタリング法で化合物薄膜を堆積する場合に、前述のように金属ターゲットまたはセラミック・ターゲットを用いてしか作成されてはいない。そのため、堆積速度を犠牲にするか、マグネトロン・スパッタリングでターゲット利用率を犠牲にするしか方法はなく100%の利用率で高速に堆積することは不可能であった。

【0005】本発明は上記課題を解決するためのもので、我々が反応性スパッタリングの準金属モードと定義するのは金属ターゲットの上に化合物ペレットを乗せた場合で（活性ガス／不活性ガス）流量比を変えて堆積速度を調べた場合、金属モードと化合物モードの間のガス流量比で金属の堆積速度程度の高速で化合物薄膜が堆積するモードである。通常のスパッタリング法でも十分に高速となり、100%のターゲット利用率で堆積するための混合物ターゲットを提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】本発明の混合物ターゲットは、金属と金属化合物との混合物またはそれを一体化して固めたもので、金属の堆積速度が化合物の堆積速度より速いことを利用し、ガス成分は一部導入ガスと一部はターゲットに混合した化合物元素から供給され、主として基板上で反応するので化合物の堆積速度は金属の堆積速度より速いことが特徴である。つまり、金属ターゲットに化合物元素を添加調整して混合することによってターゲットの大きな特徴である。こうすると、金属モードの（活性ガス／不活性ガス）流量の領域であるにもかかわらず化合物薄膜が高速で堆積できる。

【0006】

【作用】本発明は、混合物ターゲットを金属モードの（活性ガス／不活性ガス）流量比で基板上で反応させ堆積するので堆積速度が速い。したがって、必ずしもマグネトロン・スパッタリング装置を使わなくても堆積速度は十分に速く、通常の2極スパッタリング装置でも高速堆積となり、ターゲット利用率は100%となる。このターゲットをマグネトロンスパッタリング装置に用いれば利用率は装置で決まる値に低下するが、堆積速度は通常の方法に比べ更に高速となる。通常化合物ターゲット

では堆積速度を上げるために入力電力を上げると、異常放電が発生するが、本方法では金属モードであること、ターゲットに金属が多い分その発生は本質的に極めて少ない。

【0007】

【実施例】図2は混合物ターゲットを発明するに至った経過を説明するものである。例えば、チタン酸ジルコン酸鉛(PZT: Pb(Ti, Zr)O₃)を、反応性スパッタリング法で堆積する場合、Pb-Zr-Ti合金かPZTのセラミック・ターゲットを用いることになる。金属モードで不足する酸素を固体酸素源から供給し、基板上で金属と酸素を反応させ高速にPZTを堆積する準金属モードでは、あらかじめ固体酸素源を金属の中に仕込んでおく必要がある。PZTの場合には直径100mmのZr-Tiの合金ターゲット(図2の1)の上に直径13mm厚さ2mmの円盤状のPbOペレット(図2の2)を面積比が約40%となるように乗せて、Pbと酸素の供給源とする。このようにして通常では金属モードである2.1%という小さな酸素流量比(O₂/Ar+O₂)にもかかわらず、入力電力200W、基板温度450℃という低温でかつ450~540℃という広い範囲でペロブスカイト構造のPZT薄膜を、堆積速度が~12μm/分で作成することができた。これは報告されている多くのマグネトロンスパッタリング法によるデータが2~12μm/分であることを考えると十分高速である。

【0008】図2は金属ターゲットの上に円盤状のPbOを乗せて準金属モードでの低温・高速堆積に成功したターゲットである。これと同じ効果のターゲットを別の方法で作るとすれば図3で示すように、PbO円盤の代*30

わりに合金ターゲットに同じ直径の穴を明け、その中にPbO粉末を圧縮充填すれば良い。こうすれば両者の作用に違いは無い。次に、図3のターゲットを粉砕し再び図4のように固めたとしても、形状はミクロになったとはいえ、その効果は全く同じ筈である。そうであれば、最初から図4のように金属と金属化合物成分を混合しても効果に変わりはない。このようにZr-Ti合金とPbOの混合物または化合物であることを特徴とする反応性スパッタリング用ターゲットである。

10 【0009】

【発明の効果】以上のように本発明では、混合物ターゲットを用いることにより、準金属モードで化合物薄膜を高速に、堆積することができる。これを、通常のスパッタリング装置に用いても、マグネトロンスパッタリングの場合と同程度の堆積速度でかつターゲット利用率は100%となる。さらに、基板上で反応し形成するでの薄膜形成温度は低くなり、人工格子膜形成などの相互拡散を防止することが可能となり、化合物薄膜形成時のアーカの発生を低減することが出来る。

20 【図面の簡単な説明】

【図1】反応性スパッタリングにおける堆積速度と酸素ガス流量比

【図2】金属-金属酸化物 複合ターゲット

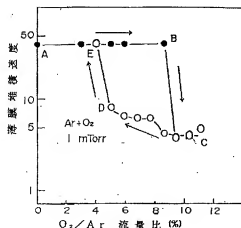
【図3】仮想 金属-金属酸化物 複合ターゲット

【図4】金属-金属酸化物の混合物ターゲット

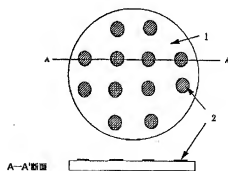
【符号の説明】

1…合金ターゲット 2…金属酸化物、3…金属酸化物、4…金属、5…金属と金属酸化物の混合物を一体化した例、粉末のままでも使用できる

【図1】



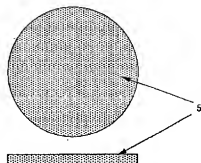
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

C 2 3 C 14/28

14/32

識別記号

片内整理番号

F I

C 2 3 C 14/28

14/32

技術表示箇所

A